



TITLE:

Time-Resolved and In-Situ Study on Evolution of Spheroidal Graphite Nodules and Volume Change During Solidification in Ductile Cast Iron(Abstract_要旨)

AUTHOR(S):

Kiattisaksri, Chatcharit

CITATION:

Kiattisaksri, Chatcharit. Time-Resolved and In-Situ Study on Evolution of Spheroidal Graphite Nodules and Volume Change During Solidification in Ductile Cast Iron. 京都大学, 2019, 博士(工学)

ISSUE DATE:

2019-09-24

URL:

<https://doi.org/10.14989/doctor.k22067>

RIGHT:

学位規則第9条第2項により要約公開

京都大学	博士（工学）	氏名	Kiattisaksri Chatcharit
論文題目	Time-Resolved and In-Situ Study on Evolution of Spheroidal Graphite Nodules and Volume Change During Solidification in Ductile Cast Iron (ダクタイル鋳鉄の凝固過程における球状化黒鉛の形成と体積変化の時間分解その場観察)		
(論文内容の要旨)			
<p>本論文は、放射光を利用した時間分解 X 線イメージング（透過 X 線イメージングおよびトモグラフィ）により、ダクタイル鋳鉄（球状黒鉛鋳鉄）の凝固過程におけるグラファイト粒の生成、体積変化をその場観察し、ダクタイル鋳鉄の凝固現象、特にグラファイトの核生成・成長について実証データに基づいてまとめたものであり、5 章から構成されている。</p> <p>第 1 章は序論であり、球状黒鉛鋳鉄の凝固過程におけるグラファイトの球状化に関するこれまでの研究や最近の X 線イメージングの結果を述べている。融液中の介在物や気泡が球状化に寄与していると仮定した凝固モデル、ダクタイル鋳鉄に特有の凝固過程における体積膨張と凝固収縮によるポロシティ形成など未解明の課題を整理するとともに、時間分解 X 線イメージングによるその場観察の現状と課題を示し、本研究の位置づけと目的の設定を行っている。</p> <p>第 2 章では、透過 X 線イメージングによる時間分解・その場観察の結果を報告し、グラファイトの成長について試料ホルダーの影響、融液中の介在物とグラファイト形態の関係、凝固過程における体積膨張にともなう応力の測定結果について報告している。</p> <p>従来、ダクタイル鋳鉄の凝固過程を 0.1mm 厚のその場観察試料中で再現できなかったが、試料ホルダの材質の選択によりダクタイル鋳鉄の凝固過程の再現に成功している。Al₂O₃ を試料ホルダに用いた場合には、グラファイト形状が球形状から逸脱するとともに、工業的なダクタイル鋳鉄では起こらないオーステナイトとグラファイトの協調共晶成長が起こる。一方、MgO を試料ホルダに用いた場合にはグラファイトは球形状を保ち、分離共晶成長のまま凝固が完了すること、つまり工業的なダクタイル鋳鉄の凝固が再現されることを示している。この結果から、融液と試料ホルダ間の化学平衡により決まる酸素ポテンシャルが凝固形態に影響するとの仮説のもと、試料中の介在物を調査し、低酸素ポテンシャルとなる MgO ホルダでは Mg-O-S 系介在物が存在し、グラファイトの核生成サイトになっていることを明らかにしている。</p> <p>さらに、グラファイトは融液中で核生成するが、数秒以内にオーステナイト相に取り込まれ、オーステナイト中でもグラファイトが成長することを明らかにしている。融液中で成長する体積よりもオーステナイト中で成長する体積が大きく、オーステナイト中でのグラファイトの成長がみかけの体積膨張に寄与する可能性を示している。体積膨張に生じる応力を測定する観察系を用いて、グラファイトがオーステナイトに取り込まれた後にオーステナイトネットワークが膨張することを実験的に証明している。</p> <p>以上の実験結果と考察により、グラファイトの核生成サイトとなる介在物の存在とグラファイト形状の関係、グラファイトの融液中とオーステナイト中での成長を整理した上で、グラファイトの形態に影響する因子、ミクロスケールの凝固組織とマクロ</p>			

京都大学	博士（工学）	氏名	Kiattisaksri Chatcharit
<p>スケールの体積膨張にともなう応力発生に関する貴重な知見を得ている。</p> <p>第 3 章では、バルク試料中の凝固過程を観察するために開発した時間分解トモグラフィ（4D-CT）を用いたダクタイル鋳鉄の凝固現象，特にオーステナイトとグラファイトの相互作用について調べた結果を報告している。</p> <p>白色 X 線からミラーにより高エネルギーの X 線を除去した X 線ビームを用いることで，試料を 1 秒間に 2 回転させた状態での凝固過程の観察を実現し，0.5 秒ごとにバルク試料中のグラファイトの形成・成長・移動を観察している。融液中で核生成したグラファイトの大半は，デンドライトアーム間隔の数分の 1 程度の移動距離，浮上時間 1 秒程度でオーステナイトに取り込まれることを明らかにし，炭素の拡散を通じたグラファイトとオーステナイト間の相互作用が短距離・短時間の捕捉に寄与していることを明らかにしている。</p> <p>短時間でグラファイトがオーステナイトに取り込まれることにより，融液中の炭素が過飽和になり，グラファイトの 2 次核生成が促進されることを示した。実験結果から，工業的なダクタイル鋳鉄においても，グラファイトのオーステナイト中への捕捉が，グラファイト粒数とそのサイズを決定する重要な因子であることを実証している。</p> <p>以上の実験結果と考察により，これまで仮説の域をでなかったグラファイトの 2 次核生成が実際に起こること，さらにこの 2 次核生成がグラファイト粒数とサイズを決める因子であることを示しており，鋳鉄の凝固組織制御において重要な指針を与えている。</p> <p>第 4 章では，時間分解 CT を用いて，オーステナイト中でのグラファイトの成長が，オーステナイトネットワークの膨張（みかけ体積の膨張）に寄与することを報告している。</p> <p>時間分解 CT により凝固過程を観察することにより，凝固過程におけるグラファイト，オーステナイト，液相のそれぞれの体積の時間変化を定量的に明らかにしている。さらに，グラファイト粒子の重心位置の時間変化を測定し，グラファイト粒子間の相対的位置の変化からオーステナイトネットワークのひずみを評価している。第 3 章においてオーステナイト中でのグラファイトの成長はオーステナイトネットワークの膨張を起こすことが示されているが，時間分解 CT を用いた解析により局所的には膨張する領域だけでなく，収縮する領域も存在することが示された。オーステナイトデンドライトとグラファイトの配置により局所的にはより複雑な体積変化があることを示している。</p> <p>第 5 章は総括であり，本論文で得られた成果について要約している。</p>			

(論文審査の結果の要旨)

本論文は、ダクタイル鋳鉄の凝固過程を薄膜形状の試料中で実現し、透過 X 線イメージング、時間分解トモグラフィーにより、ダクタイル鋳鉄の凝固、特にグラファイトの核生成・成長をその場観察し、グラファイトの球状化に及ぼす因子、グラファイトの成長にともなう体積変化を明らかにした論文であり、得られた主な成果は、次の通りである。

1. グラファイトの形態が試料を保持するホルダーの材質に影響することを実験により実証し、融液の酸素ポテンシャルに依存する介在物の組成と構造がグラファイトの核生成に影響し、結果的に凝固組織にも影響することを見出している。また、球状グラファイトの形成、分離共晶凝固の選択には、Mg-O-S 系介在物が必要であることを示している。ダクタイル鋳鉄の凝固過程をその場観察できる実験手法は、今後も種々の研究で応用が期待される。
2. 球状グラファイトは融液中で核生成するが、1 秒程度でオーステナイトデンドライトに取り込まれること、さらにオーステナイトに取り込まれた後も成長していることを明らかにした。特にオーステナイト中で成長するグラファイトの体積が 50%以上であることを示し、このグラファイトの成長がオーステナイトのデンドライトネットワークの膨張を引き起こすことを実証している。また、グラファイト粒の位置から解析したオーステナイトネットワークに生じる歪みはオーステナイトデンドライトとグラファイトの配置などの影響を受け、局所的には膨張だけでなく収縮も起こることを示している。ダクタイル鋳鉄の凝固過程の体積膨張の機構を科学的に解明した成果であり、鑄造組織の制御や鑄造欠陥の抑制に指針を示す成果である。
3. グラファイトのオーステナイトへの短距離・短時間の捕捉が、グラファイトの 2 次核生成を促進し、グラファイト粒数とサイズを決定することを明らかにしている。これまで仮説の域を出なかったグラファイトの 2 次核生成とその組織形成への寄与を実証しており、凝固組織形成や鑄造欠陥形成を検討する上で貴重な成果である。

本論文は、ダクタイル鋳鉄の凝固組織制御や鑄造欠陥抑制に寄与する成果であり、学術上、實際上寄与するところが少なくない。よって、本論文は博士（工学）の学位論文として価値あるものと認める。また、令和元年 8 月 22 日、論文内容とそれに関連した事項について試問を行って、申請者が博士後期課程学位取得基準を満たしていることを確認し、合格と認めた。

なお、本論文は、京都大学学位規程第 14 条第 2 項に該当するものと判断し、公表に際しては、当該論文の全文に代えてその内容を要約したものとすることを認める。